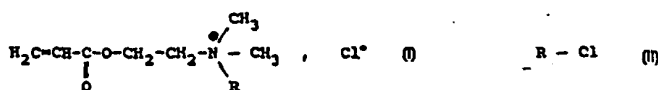


(51) International patent classification <sup>7</sup> :  C07C 213/08, 219/08	A1	(11) International publication number: WO 00/43347  (43) International publication date: 27 July 2000 (27.07.00)
(21) International application number: PCT/FR00/00123 (22) International filing date: 20 January 2000 (20.01.00) (30) Data relating to the priority: 99/00,642 21 January 1999 (21.01.00) FR (71) Applicant (for all designated States except US): ELF ATOCHEM S.A. [FR/FR]; 4/8, cours Michelet, F-92800 Puteaux (FR). (72) Inventors; and (75) Inventors/Applicants (US only): RIONDEL, Alain [FR/FR]; 74, rue Nationale, F-57600 Forbach (FR). HERBST, Gilles [FR/FR]; 24, rue Saint-Laurent, F-57350 Spicheren (FR). ESCH, Marc [FR/FR]; 23, rue Goethe, F-57800 Freyming-Merlebach (FR). (74) Representative: RIEUX, Michel; Elf Atochem S.A., DCRD/DPI, Cours Michelet, La Défense 10, F-92091 Paris La Défense Cedex (FR)		(81) Designated states: AE, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, CA, CH, CN, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, NO, NZ, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG, SI, SK, SL, TJ, TM, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VN, YU, ZA, ZW, ARIPO Patent (GH, GM, KE, LS, MW, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZW), Eurasian Patent (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), European Patent (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE), OAPI Patent (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).  Published With the International Search Report.

As printed

(54) Title: METHOD FOR MAKING AQUEOUS SOLUTIONS OF UNSATURATED QUATERNARY AMMONIUM SALTS

(54) Titre: PROCEDE DE FABRICATION DE SOLUTIONS AQUEUSES DE SELS INSATURES D'AMMONIUM QUATERNAIRE



## (57) Abstract

The invention concerns a method for making aqueous solutions of unsaturated quaternary ammonium salts of formula (I) by reacting, in the presence of water, N,N-dimethylaminoethyl acrylate with a quaternizing agent of formula (II): R - Cl, said method is characterised in that it consists in: (a) in a closed reactor containing 5 to 60 wt. % of N,N-dimethylaminoethyl acrylate required for the reaction and which has been pressurised with air or depleted air at 0.5 to 3 bars, carrying out the reaction by continuously introducing, at a temperature ranging between 35 to 65 °C, the quaternizing agent (II), and water, and finally the remaining N,N-dimethylaminoethyl acrylate, until the desired concentration of salt (I) in the water is reached, the water being introduced only when 0 - 20 wt. % of the amount required for the quaternizing agent (II) reaction has been added; the introduction of the remaining N,N-dimethylaminoethyl acrylate starting only when 20 - 80 wt. % required for the quaternizing agent (II) reaction has been added; and the pressure at the end of the reaction capable of reaching 9 bars; then (b) in depressurising while maintaining the oxygen content constant by simultaneous introduction of air and, after returning to atmospheric pressure, eliminating the residual quaternizing agent. In formulae (I) and (II), R = methyl or benzyl.

## (57) Abrégé

Ce procédé de fabrication de solutions aqueuses de sels insaturés d'ammonium quaternaire de formule (I) par réaction, en présence d'eau, de l'acrylate de N,N-diméthylaminoéthyle (ADAME) avec un agent quaternisant de formule (II): R - Cl, est caractérisé par le fait que (a) dans un réacteur fermé qui contient 5 - 60 % de la quantité pondérale de l'ADAME nécessaire à la réaction et qui a été pressurisé par de l'air ou de l'air appauvri à 0,5 à 3 bars, on conduit la réaction en introduisant en continu, à la température de 35 à 65 °C, d'une part, l'agent quaternisant (II) et, d'autre part, l'eau, et enfin, l'ADAME restant, jusqu'à l'obtention de la concentration souhaitée en sel (I) dans l'eau, le démarrage de l'introduction de l'eau commençant lorsque l'on a ajouté 0-30% de la quantité pondérale nécessaire à la réaction de l'agent quaternisant (II); le démarrage de l'introduction de l'ADAME restant commençant lorsque l'on a ajouté 20-80 % de la quantité pondérale nécessaire à la réaction de l'agent quaternisant (II); et la pression enfin de réaction pouvant atteindre 9 bars; puis (b) on dépressurise le réacteur tout en maintenant la teneur constante en oxygène par introduction simultanée d'air et, après retour à la pression atmosphérique, éliminant l'agent quaternisant résiduel. Dans les formules (I) et (II), R = méthyle ou benzyle.